

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

08.06.00

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

REC'D 27 JUL 2000

WIPO PCT

10/009687

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1999年 6月15日

出 願 番 号
Application Number:

平成11年特許願第168176号

出 願 人
Applicant(s):

住友精化株式会社

EKU

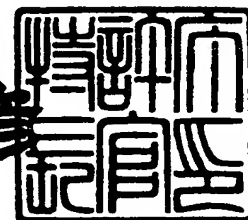
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 6月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 出証特2000-3054074

【書類名】 特許願

【整理番号】 SS-11-001

【提出日】 平成11年 6月15日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F 20/00

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 藤掛 正人

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 浜本 茂生

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 川北 知紀

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県姫路市飾磨区入船町1番地 住友精化株式会社第
2 研究所内

【氏名】 吉仲 正豊

【特許出願人】

【識別番号】 000195661

【氏名又は名称】 住友精化株式会社

【代理人】

【識別番号】 100095832

【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 050739

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9200193

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 カルボキシル基含有重合体組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 α , β -不飽和カルボン酸 (a) とエチレン性不飽和基を少なくとも 2 個有する化合物 (b) とを共重合させてなるカルボキシル基含有重合体 (A) 100 重量部と、多価アルコール脂肪酸エステル (c) および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) のうちの少なくとも 1 種の化合物 (B) 0.01 ~ 20 重量部とを含有してなるカルボキシル基含有重合体組成物。

【請求項 2】 α , β -不飽和カルボン酸 (a) が、アクリル酸である請求項 1 記載のカルボキシル基含有重合体組成物。

【請求項 3】 エチレン性不飽和基を少なくとも 2 個有する化合物 (b) が、ペンタエリスリトールテトラアリルエーテル、テトラアリルオキシタン、リン酸トリアリルおよびポリアリルサッカロースからなる群より選ばれた少なくとも 1 種である請求項 1 記載のカルボキシル基含有重合体組成物。

【請求項 4】 多価アルコール脂肪酸エステル (c) における多価アルコールが、グリセリン、ポリグリセリン、ソルビットおよびソルビタンからなる群より選ばれた多価アルコールである請求項 1 記載のカルボキシル基含有重合体組成物。

【請求項 5】 多価アルコール脂肪酸エステル (c) が、グリセリンまたはポリグリセリンと、ステアリン酸、イソステアリン酸またはオレイン酸とのエステルである請求項 4 記載のカルボキシル基含有重合体組成物。

【請求項 6】 多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) における多価アルコールが、グリセリン、ポリグリセリン、ソルビットおよびソルビタンからなる群より選ばれた多価アルコールである請求項 1 記載のカルボキシル基含有重合体組成物。

【請求項 7】 多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) が、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油誘導体、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油誘導体およびポリオキシエチ

レングリセリン脂肪酸エステルからなる群より選ばれた少なくとも1種である請求項6記載のカルボキシル基含有重合体組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、カルボキシル基含有重合体組成物に関する。さらに詳しくは、水への溶解性および水溶液の増粘性に優れ、各種水溶液の増粘剤として好適に使用しうるカルボキシル基含有重合体組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

架橋型カルボキシル基含有重合体は、従来から各種水溶液の増粘剤として使用されている。これらの架橋型カルボキシル基含有重合体としては、例えば、アクリル酸などの α 、 β -不飽和カルボン酸とポリアリルエーテルとの共重合体（米国特許第2923692号明細書）、 α 、 β -不飽和カルボン酸とヘキサアリルトリメチレントリスルホンとの共重合体（米国特許第2958679号明細書）、 α 、 β -不飽和カルボン酸とリン酸トリアリルとの共重合体（米国特許第3426004号明細書）、 α 、 β -不飽和カルボン酸とグリシジルメタクリレートなどとの共重合体（特開昭58-84819号公報）などが知られている。

【0003】

これらの架橋型カルボキシル基含有重合体は、水に溶解させた後、アルカリで中和して中和粘稠液とすることにより、増粘剤、乳化物や懸濁物などの懸濁安定化剤などの用途に用いられている。

【0004】

しかしながら、前記架橋型カルボキシル基含有重合体をこれらの用途に使用するためには、その均一な水溶液を調製する必要があるが、該架橋型カルボキシル基含有重合体を水に溶解させた際に塊状物（ママコ）が生成しやすく、いったんママコが生成すると、その表面にゲル状の層が形成されるため、その内部に水が浸透する速度が遅くなるので、均一な溶液を得ることが困難となるという欠点がある。従って、前記架橋型カルボキシル基含有重合体を用いる場合には、ママコ

の生成を防ぐために、高速攪拌下で徐々に架橋型カルボキシル基含有重合体を水中に添加するという生産効率が悪い操作を必要とし、場合によってはママコの生成を防止するために特殊な溶解装置を必要とするという欠点がある。

【0005】

また、前記中和粘稠液の粘度が高いほど、増粘剤としての用途が広くなり、またその使用量の低減を図ることができるので、近年、高粘度を与える増粘剤用ポリマーの開発が待ち望まれている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記従来技術に鑑みてなされたものであり、水への溶解性に優れ、その水溶液をアルカリで中和した後に得られる中和粘調液の増粘性に優れたカルボキシル基含有重合体組成物を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は、 α 、 β -不飽和カルボン酸(a)とエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物(b)とを共重合させてなるカルボキシル基含有重合体(A) 100重量部と、多価アルコール脂肪酸エステル(c)および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)のうちの少なくとも1種の化合物(B) 0.01~20重量部とを含有してなるカルボキシル基含有重合体組成物に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】

カルボキシル基含有重合体(A)は、 α 、 β -不飽和カルボン酸(a)とエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物(b)とを共重合させることによって得られる。

【0009】

α 、 β -不飽和カルボン酸(a)としては、特に限定されず、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸などの炭素数3~5のオレフィン系不飽和カルボン酸などを挙げることができ、これらは

単独で使用してもよく、2種以上を併用してもよい。これらの中では、安価で入手が容易であり、それ自身が水溶性に優れ、また後述するように本発明のカルボキシル基含有重合体組成物を水に溶解し、中和することによって得られる中和粘稠液が高い透明性を有するようになることから、アクリル酸が好ましい。

【0010】

カルボキシル基含有重合体 (A) 中における α , β -不飽和カルボン酸 (a) の量は、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物を用いて調製された中和粘稠液に不溶性のゲルが生成するのを抑制する観点から、90重量%以上、好ましくは97重量%以上とすることが望ましく、また前記中和粘稠液の増粘性を向上させる観点から、99.99重量%以下、好ましくは99.95重量%以下であることが望ましい。好ましい α , β -不飽和カルボン酸 (a) の量は、90~99.99重量%であり、より好ましくは97~99.95重量%である。

【0011】

エチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物 (b) としては、後述の不活性溶媒に溶解しうるものであれば特に限定されず、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ポリオキシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコール、グリセリン、ポリグリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、サッカロース、ソルビトールなどのポリオール of 2置換以上のアクリル酸エステル類；前記ポリオール of 2置換以上のメタクリル酸エステル類；前記ポリオール of 2置換以上のアリルエーテル類；フタル酸ジアリル、リン酸トリアリル、メタクリル酸アリル、テトラアリルオキシエタン、トリアリルシアヌレート、アジピン酸ジビニル、クロトン酸ビニル、1,5-ヘキサジエン、ジビニルベンゼンなどを挙げることができ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。これらの中では、少量で高い増粘性を付与し、乳化物、懸濁物などに高い懸濁安定性を付与することから、ペンタエリスリトールテトラアリルエーテル、テトラアリルオキシエタン、リン酸トリアリルおよびポリアリルサッカロースの少なくとも1種が好ましい。

【0012】

カルボキシル基含有重合体 (A) 中におけるエチレン性不飽和基を少なくとも

2個有する化合物(b)の量は、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物を用いて調製された中和粘稠液の増粘性を向上させる観点から、0.01重量%以上、好ましくは0.05重量%以上とすることが望ましく、また前記中和粘稠液に不溶性のゲルが生成するのを抑制する観点から、10重量%以下、好ましくは3重量%以下であることが望ましい。好ましい α 、 β -不飽和カルボン酸(a)の量は、0.05~10重量%であり、より好ましくは0.05~3重量%である。

【0013】

なお、 α 、 β -不飽和カルボン酸(a)とエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物(b)とを共重合させる際には、増粘性を高めたり、乳化物や懸濁物の安定性を向上させる目的で、カルボキシル基含有重合体(A)のモノマー成分として、前記 α 、 β -不飽和カルボン酸(a)以外の α 、 β -不飽和化合物を配合することができる。

【0014】

前記 α 、 β -不飽和化合物の種類には特に限定がない。その具体例としては、メチルアクリレート、エチルアクリレート、イソプロピルアクリレート、ブチルアクリレート、オクチルアクリレート、2-エチルアクリレート、デシルアクリレート、ラウロイルアクリレート、ステアシルアクリレートなどのアルキル基の炭素数が1~30のアルキルアクリレート、グリシジルアクリレートなどのエポキシ基含有アクリレートなどのアクリル酸エステル類；これらに相当するメタクリル酸エステル類；ビニルグリシジルエーテル、イソプロペニルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、ブテニルグリシジルエーテルなどのグリシジルエーテル類；アクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N-エチルアクリルアミド、N-tert-ブチルアクリルアミドなどのアクリルアミド類；これらに相当するメタクリルアミド類；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、安息香酸ビニルなどのビニルエステル類などを挙げることができ、これらは単独で使用してもよく、2種以上を併用してもよい。

【0015】

前記 α 、 β -不飽和化合物の量は、 α 、 β -不飽和カルボン酸(a)とエチレ

ン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物(b)の合計量100重量部に対して、該 α 、 β -不飽和化合物を添加することにより、増粘性を高めたり、乳化物や懸濁物の安定性を向上させる観点から、0.1重量部以上、好ましくは1重量部以上とすることが望ましく、また増粘性が著しく低下することを回避する観点から、20重量部以下、好ましくは10重量部以下であることが望ましい。好ましい α 、 β -不飽和化合物の量は、0.1~20重量部であり、より好ましくは1~10重量部である。

【0016】

化合物(B)は、多価アルコール脂肪酸エステル(c)および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)のうちの少なくとも1種であり、多価アルコール脂肪酸エステル(c)および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)は、それぞれ単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

【0017】

多価アルコール脂肪酸エステル(c)における多価アルコールには、特に限定がない。該多価アルコールの好適な例としては、グリセリン、ポリグリセリン、ソルビットおよびソルビタンからなる群より選ばれた多価アルコールが挙げられ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0018】

また、多価アルコール脂肪酸エステル(c)における好適な脂肪酸の例としては、ステアリン酸、イソステアリン酸およびオレイン酸からなる群より選ばれた脂肪酸が挙げられ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0019】

多価アルコール脂肪酸エステル(c)の代表例としては、グリセリンまたはポリグリセリンと、炭素数10~30の脂肪酸とのエステルが挙げられ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。これらの中では、グリセリンまたはポリグリセリンと、ステアリン酸、イソステアリン酸またはオレイン酸とのエステルが好ましい。

【0020】

ステアリン酸エステル具体例としては、ステアリン酸グリセリル、ジステアリン酸グリセリル、トリステアリン酸グリセリル、ステアリン酸ジグリセリル、ステアリン酸テトラグリセリル、トリステアリン酸テトラグリセリル、ペンタステアリン酸テトラグリセリル、ステアリン酸ヘキサグリセリル、トリステアリン酸ヘキサグリセリル、ペンタステアリン酸ヘキサグリセリル、ステアリン酸デカグリセリル、ジステアリン酸デカグリセリル、トリステアリン酸デカグリセリル、ペンタステアリン酸デカグリセリル、ヘプタステアリン酸デカグリセリル、デカステアリン酸デカグリセリルなどを挙げる事ができ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0021】

イソステアリン酸エステル具体例としては、イソステアリン酸グリセリル、イソステアリン酸ジグリセリル、イソステアリン酸デカグリセリル、ジイソステアリン酸デカグリセリル、トリイソステアリン酸デカグリセリル、ペンタイソステアリン酸デカグリセリル、ヘプタイソステアリン酸デカグリセリル、デカイソステアリン酸デカグリセリルなどを挙げる事ができ、これら単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0022】

オレイン酸のエステル具体例としては、オレイン酸グリセリル、ジオレイン酸グリセリル、トリオレイン酸グリセリル、オレイン酸ジグリセリル、ジオレイン酸ジグリセリル、オレイン酸テトラグリセリル、ペンタオレイン酸テトラグリセリル、オレイン酸ヘキサグリセリル、ペンタオレイン酸ヘキサグリセリル、オレイン酸デカグリセリル、ジオレイン酸デカグリセリル、トリオレイン酸デカグリセリル、ペンタオレイン酸デカグリセリル、ヘプタオレイン酸デカグリセリル、デカオレイン酸デカグリセリルなどを挙げる事ができ、これら単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0023】

多価アルコール脂肪酸エステル(c)の中では、少量で目的とする水溶性を有するカルボキシル基含有重合体組成物が得られ、かつ該カルボキシル基含有重合

体組成物を水に溶解し、中和粘稠液の高い透明性を維持したまま増粘効果を付与することができることから、デカオレイン酸デカグリセリル、ペンタオレイン酸デカグリセリル、ジイソステアリン酸デカグリセリル、オレイン酸デカグリセリル、オレイン酸ヘキサグリセリル、ステアリン酸テトラグリセリル、オレイン酸ジグリセリルおよびトリオレイン酸グリセリルが好ましい。

【0024】

多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) は、前記多価アルコール脂肪酸エステル (c) のアルキレンオキサイド付加物である。

【0025】

多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) における多価アルコールには、特に限定がない。該多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) における多価アルコールの好適な例としては、グリセリン、ポリグリセリン、ソルビットおよびソルビタンからなる群より選ばれた多価アルコールが挙げられ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0026】

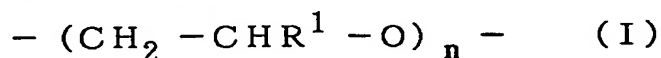
また、該多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) における好適な脂肪酸の例としては、ステアリン酸、イソステアリン酸およびオレイン酸からなる群より選ばれた脂肪酸が挙げられ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0027】

多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) における多価アルコール脂肪酸エステルとしては、ステアリン酸、イソステアリン酸またはオレイン酸のエステル、ヒマシ油、ヒマシ油誘導体等が挙げられ、これらは単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0028】

多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) におけるオキシアリキレン鎖の好適な例としては、式 (I) :



(式中、 R^1 は水素原子、メチル基またはエチル基、 n は 1～100 の整数を示す)

で表わされるオキシアلكレン鎖が挙げられる。

【0029】

多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) の代表例としては、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油誘導体、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油誘導体、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステルなどが挙げられる。

【0030】

前記ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステルの具体例としては、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ペンタオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、イソステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット、ヘキサステアリン酸ポリオキシエチレンソルビットなどを挙げる事ができ、これら単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0031】

前記ポリオキシエチレンヒマシ油誘導体およびポリオキシエチレン硬化ヒマシ油誘導体の具体例としては、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ラウリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、イソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油などを挙げる事ができ、これら単独でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0032】

前記ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステルの具体例としては、モノステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル、ジステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル、トリステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル、オレイン酸ポリオキシエチレングリセリル、ジオレイン酸ポリオキシエチレングリセリル、トリオレイン酸ポリオキシエチレングリセリル、イソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル、ジイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレングリセリルなどを挙げる事ができ、これら単独

でまたは2種以上を混合して用いることができる。

【0033】

多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)の中では、少量で目的とする水溶性を有するカルボキシル基含有重合体組成物が得られ、かつ該カルボキシル基含有重合体組成物を水に溶解し、中和粘稠液の高い透明性を維持したまま増粘効果を付与することができることから、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンヒマシ油、イソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油およびテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビットが好ましい。

【0034】

多価アルコール脂肪酸エステル(c)および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)のうちの少なくとも1種である化合物(B)の量は、カルボキシル基含有重合体(A)100重量部に対して、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物の水への溶解性を向上させる観点から、0.01重量部以上、好ましくは0.1重量部以上であり、また本発明のカルボキシル基含有重合体組成物の増粘効果を十分に発現させる観点から、20重量部以下、好ましくは10重量部以下である。該化合物(B)の量は、0.01~20重量部、好ましくは0.1~10重量部である。

【0035】

本発明のカルボキシル基含有重合体組成物の製法には、特に限定がない。本発明のカルボキシル基含有重合体組成物は、例えば、以下の方法によって調製することができる。

【0036】

(1) α 、 β -不飽和カルボン酸(a)およびエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物(b)を重合させる際に、所定量の多価アルコール脂肪酸エステル(c)および/または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)を重合初期から共存させて重合する方法

【0037】

(2) α 、 β -不飽和カルボン酸(a)およびエチレン性不飽和基を少なくとも

2 個有する化合物 (b) を混合した後、得られた混合物に多価アルコール脂肪酸エステル (c) および／または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) を連続的に添加しながら、 α 、 β -不飽和カルボン酸 (a) とエチレン性不飽和基を少なくとも 2 個有する化合物 (b) とを重合させる方法

【0038】

(3) α 、 β -不飽和カルボン酸 (a) およびエチレン性不飽和基を少なくとも 2 個有する化合物 (b) を先に重合させ、その重合が終了した後、得られたスラリーに多価アルコール脂肪酸エステル (c) および／または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) を添加する方法

【0039】

(4) α 、 β -不飽和カルボン酸 (a)、ならびに多価アルコール脂肪酸エステル (c) および／または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) を混合した後、得られた混合物にエチレン性不飽和基を少なくとも 2 個有する化合物 (b) を連続的に添加しながら重合させる方法

【0040】

より具体的には、例えば、前記方法 (1) において、攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管および冷却管を備えた反応容器に、それぞれ予め所望量で秤量された、 α 、 β -不飽和カルボン酸 (a)、エチレン性不飽和基を少なくとも 2 個以上有する化合物 (b)、多価アルコール脂肪酸エステル (c) および／または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d)、ラジカル重合開始剤、ならびに不活性溶媒を仕込む。

【0041】

反応容器内の内容物を攪拌し、均一な組成となるように混合した後、反応容器の上部空間に含まれている酸素ガスおよび内容物中に溶解している溶存酸素を除去するために、内容物中に窒素ガスを吹き込む。重合反応は、温浴などで 20～120℃、好ましくは 30～90℃ に加熱することによって行なうことができる。重合反応は、通常 2～10 時間で終了する。

【0042】

重合反応終了後、減圧または常圧下、加熱することにより、反応溶液から不活

性溶媒を留去することにより、カルボキシル基含有重合体組成物を白色微粉末として得ることができる。

【0043】

α 、 β -不飽和カルボン酸 (a)、エチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物 (b)、多価アルコール脂肪酸エステル (c)、多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d)、ラジカル重合開始剤および不活性溶媒の仕込み全量における α 、 β -不飽和カルボン酸およびエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物の合計仕込量は、容積効率を高め、生産性を向上させる観点から、1重量%以上、好ましくは5重量%以上であることが望ましく、また重合反応の進行に伴って重合体の析出が著しくなり、スラリーの粘度が高くなるのを回避し、反応を円滑に進行させる観点から、30重量%以下、好ましくは25重量%以下であることが望ましい。好ましい合計仕込量は、1~30重量%であり、より好ましくは5~25重量%である。

【0044】

不活性溶媒としては、 α 、 β -不飽和カルボン酸 (a) およびエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物 (b) は溶解するが、得られるカルボキシル基含有重合体組成物は溶解しない溶媒であればよく、特に限定がない。該不活性溶媒の代表例としては、エチレンジクロライド、ノルマルペンタン、ノルマルヘキサン、イソヘキサン、ノルマルヘプタン、ノルマルオクタン、イソオクタンなどのハロゲン置換されていてもよい炭素数2~8の脂肪族炭化水素、シクロペンタン、メチルシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサンなどの炭素数5~7の脂環族炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロベンゼンなどのハロゲン置換されていてもよい芳香族炭化水素、酢酸エチル、酢酸イソプロピルなどの酢酸アルキルエステル、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系化合物などが挙げられ、これらは単独で使用してもよく、2種以上を併用してもよい。これらの不活性溶媒の中では、品質が安定しており、入手が容易である観点から、エチレンジクロライド、ノルマルヘキサン、シクロヘキサン、ノルマルヘプタンおよび酢酸エチルが好ましい。

【0045】

ラジカル重合開始剤の種類には特に限定がない。その具体例としては、 α , α' -アゾイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス-2, 4-ジメチルバレロニトリル、ジメチル-2, 2'-アゾビスイソブチレート、過酸化ベンゾイル、ラウロイルパーオキシド、クメンハイドロパーオキシド、第3級ブチルハイドロパーオキシドなどを挙げることができる。

【0046】

ラジカル重合開始剤の量は、その種類や反応温度などによって異なるので一概には決定することができないが、通常、 α , β -不飽和カルボン酸およびエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物の合計量に対して、重合反応速度を増大させる観点から、0.1重量%以上、好ましくは0.3重量%以上とすることが望ましく、また重合反応の際の除熱を容易に行なうことができるようにするために、10重量%以下、好ましくは3重量%以下であることが望ましい。好ましいラジカル重合開始剤の量は、0.1~10重量%であり、より好ましくは0.3~3重量%である。

【0047】

なお、反応の際に酸素が存在していると、反応に悪影響を及ぼすため、あらかじめ反応系から酸素を除去しておくことが好ましい。したがって、反応時の雰囲気は、酸素による影響を回避する観点から、例えば、窒素ガス、アルゴンガスなどの不活性ガス雰囲気であることが好ましい。

【0048】

かくして本発明のカルボキシル基含有重合体組成物が得られるが、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物は、例えば、水に溶解した後、水酸化ナトリウム、トリエタノールアミンなどの塩基でその水溶液のpHが4~11となるように調整することにより、中和粘稠液を得ることができる。この中和粘稠液は、従来の架橋型カルボキシル基含有重合体を用いて中和粘稠液を調製した場合と対比して、増粘性に優れたものである。

【0049】

さらに、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物は、水に溶解させても、従来の架橋型カルボキシル基重合体と対比して、ママコが発生しにくく、水に対す

る溶解性に優れ、しかも中和する前の水溶液の粘度が非常に小さいので、高濃度で水中に溶解させることができる。

【0050】

本発明のカルボキシル基含有重合体組成物が、このように優れた溶解性を発現する作用などは現時点では明らかではないが、おそらく、多価アルコール脂肪酸エステル(c)のエーテル結合もしくは水酸基または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)のエチレンオキサイド基と、カルボキシル基含有重合体中のカルボキシル基とが会合体を形成し、隣接する疎水性基(炭化水素化合物)がカルボキシル基含有重合体を部分的に疎水化するため、カルボキシル基含有重合体の初期の水和を抑制し、その結果、ママコが生成しにくいなどの優れた溶解性を実現するものと推測される。

【0051】

また、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物が、高い増粘効果を発現する作用などについても現時点では明らかではないが、おそらく、多価アルコール脂肪酸エステル(c)または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)が水素結合、イオン結合などでカルボキシル基含有重合体を適度に三次元化することに基づいて、カルボキシル基含有重合体を単独で使用的場合と対比して、より高い増粘効果を発現することに起因するものと推測される。

【0052】

【実施例】

次に、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

【0053】

実施例 1

攪拌機、温度計、窒素ガス吹込管および冷却管を備えた500 mL容の4つ口フラスコ内に、 α 、 β -不飽和カルボン酸(a)としてアクリル酸60 g、エチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物(b)としてペンタエリスリトールテトラアリルエーテル0.42 g、多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物(d)としてポリオキシエチレンヒマシ油(日光ケミカル(株

）製、商品名：CO-3、エチレンオキシド3モル付加物）3.0g、アゾビスイソブチロニトリル0.009gおよびエチレンジクロライド375gを仕込み、攪拌し、混合した後、フラスコ内の上部空間に存在している酸素ガス、ならびに得られた溶液中に溶解している酸素を除去するために、溶液中に窒素ガスを100ml/分の流量で1時間吹き込んだ。引き続き、窒素ガス雰囲気下、70～75℃に加熱して3時間重合反応を行なった。

【0054】

重合反応終了後、生成したスラリーを約110℃に加熱し、エチレンジクロライドを留去して、白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物60gを得た。

【0055】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を以下の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

【0056】

(1) 無攪拌溶解時間

容量500mlのビーカーにイオン交換水298.5gを入れ、攪拌せずにカルボキシル基含有重合体組成物1.5gを一括で投入する。その後、溶解状態を目視により観察し、カルボキシル基含有重合体組成物の粒子が白色から透明になるまでに要する時間を測定する。

【0057】

(2) 攪拌溶解時間

容量500mlのビーカーにイオン交換水298.5gを入れ、4枚羽根パドル（翼径50mm）を備えた攪拌機を用い、300rpmの回転速度で攪拌し、カルボキシル基含有重合体組成物1.5gを一括で投入する。その後、溶解状態を目視により観察し、カルボキシル基含有重合体組成物の粒子が白色から透明になるまでの時間を測定する。

【0058】

(3) 溶液粘度

前記(2)攪拌溶解時間を測定する際に生成した0.5重量%溶液の粘度をB

型回転粘度計により 25℃、20rpm で測定する。

【0059】

(4) 中和粘稠液粘度

前記(2) 攪拌溶解時間を測定する際に生成した 0.5 重量% 溶液を水酸化ナトリウムで pH7 に中和し、中和粘稠液を得た。

この中和粘稠液の粘度を B 型回転粘度計により 25℃、20rpm で測定する。

【0060】

実施例 2～3

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の量を 0.6g (実施例 2) または 6.0g (実施例 3) に変更した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60g (実施例 2) または 67g (実施例 3) を得た。

【0061】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 1 に示す。

【0062】

実施例 4

攪拌機、滴下ロート、温度計、窒素ガス吹込管および冷却管を備えた 500ml 容の 4 つ口フラスコに、 α 、 β -不飽和カルボン酸 (a) としてアクリル酸 40g、多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) としてポリオキシエチレンヒマシ油 (日光ケミカル (株) 製、商品名: CO-3、エチレンオキシド 3 モル付加物) 3.0g、アゾビスイソブチロニトリル 0.14g およびノルマルヘキサン 223g を仕込み、均一に攪拌し、混合した後、フラスコの上部空間および得られた溶液中に溶解している酸素を除去するため、溶液中に窒素ガスを 100ml/分の流量で 1 時間吹き込んだ。引き続き、窒素ガス雰囲気下、55～60℃ に加熱し、エチレン性不飽和基を少なくとも 2 個有する化合物 (b) としてポリアリルサッカロース 0.45g およびノルマルヘキサン 1

0 g かなる混合溶液を約 2 時間かけてフラスコ内に滴下し、その後、1 時間重合反応を行なった。

【0 0 6 3】

重合反応終了後、生成したスラリーを約 1 1 0 °C に加熱し、ノルマルヘキサンを留去して、白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 4 0 g を得た。

【0 0 6 4】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 1 に示す。

【0 0 6 5】

実施例 5

実施例 4 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてオレイン酸ジグリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: D G M O - 9 0) 2. 0 g を用いた以外は、実施例 4 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 4 0 g を得た。

【0 0 6 6】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 1 に示す。

【0 0 6 7】

比較例 1

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油を使用しなかった以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体 6 0 g を得た。このカルボキシル基含有重合体の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 1 に示す。

【0 0 6 8】

比較例 2 ~ 3

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の添加量を 0. 0 0 5 g (比較例 2) または 1 5 g (比較例 3) に変更した以外は、実施例 1 と同様にして白

色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60 g (比較例 2) または 77 g (比較例 3) を得た。このカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 1 に示す。

【0069】

【表 1】

実施例番号	溶解時間		溶解液の粘度 (mPa・s)	中和粘稠液の粘度 (mPa・s)
	無攪拌 (分)	攪拌 (分)		
実施例 1	20	3	2	59000
実施例 2	70	10	8	49000
実施例 3	15	2	0.8	45000
実施例 4	35	5	5	38500
実施例 5	20	3	2	36500
比較例 1	1000	150	680	38000
比較例 2	960	145	680	38000
比較例 3	15	2	0.1	26000

【0070】

表 1 に示された結果から、実施例 1～5 の方法によれば、所定量の多価アルコール脂肪酸エステル (c) または多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) が使用されているので、無攪拌状態であっても溶解時間が短く、しかも得られる溶液の粘度が非常に小さく、この溶液を中和することによって得られる中和粘稠液の粘度が非常に高くなるカルボキシル基含有重合体組成物が得られることがわかる。

【0071】

実施例 6

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 (日光ケミカル (株) 製、商品名: HCO-10、エチレンオキ

シド 10 モル付加物) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 61 g を得た。

【0072】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0073】

実施例 7

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油（日本油脂（株）製、商品名：ユニオックス HC-40MIS、エチレンオキシド 10 モル付加物) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 61 g を得た。

【0074】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0075】

実施例 8

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット（日光ケミカル（株）製、商品名：GO-4、エチレンオキシド 6 モル付加物) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 61 g を得た。

【0076】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0077】

実施例 9

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにヘキサステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット（日光ケミカル（株）製、商品名：GS-6、エチレンオキシド 6 モル付加物）3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 61 g を得た。

【0078】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0079】

実施例 10

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにオレイン酸ポリオキシエチレングリセリル（日光ケミカル（株）製、商品名：TMGO-15、エチレンオキシド 15 モル付加物）3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 61 g を得た。

【0080】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0081】

実施例 11

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにトリイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油（商品名：RWIS-360、エチレンオキシド 60 モル付加物、日本エマルジョン（株）製）3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 61 g を得た。

得られた架橋型カルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度、中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0082】

実施例 12

実施例 1 においてポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにトリイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油（日本エマルジョン（株）製、商品名：RWIS-360、エチレンオキシド 60 モル付加物）1.5 g およびポリオキシエチレンヒマシ油（日光ケミカル（株）製、商品名：CO-3、エチレンオキシド 3 モル付加物）1.5 g の混合物を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末カルボキシル基含有重合体組成物 62 g を得た。

【0083】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0084】

実施例 13

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにトリイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油（日本エマルジョン（株）製、商品名：RWIS-360、エチレンオキシド 60 モル付加物）1.5 g および多価アルコール脂肪酸エステル（c）としてペンタオレイン酸デカグリセリル（日光ケミカル（株）製、商品名：Decaglyn-5-0）1.5 g の混合物を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末カルボキシル基含有重合体組成物 62 g を得た。

【0085】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【0086】

実施例 14

実施例 1 において、 α 、 β -不飽和カルボン酸（a）としてアクリル酸 57.6 g、 α 、 β -不飽和化合物としてラウロイルメタクリレート 2.4 g を使用した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物

6 3 g を得た。

【 0 0 8 7 】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【 0 0 8 8 】

比較例 4

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにステアリルアルコール（試薬）3. 0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 6 0 g を得た。

【 0 0 8 9 】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 2 に示す。

【 0 0 9 0 】

【表 2】

実施例番号	溶解時間		溶解液の粘度 ($\text{mPa} \cdot \text{s}$)	中和粘稠液の粘度 ($\text{mPa} \cdot \text{s}$)
	無攪拌 (分)	攪拌 (分)		
実施例 6	5 0	7	1 0	5 3 0 0 0
実施例 7	4 0	6	1 2	5 1 0 0 0
実施例 8	3 0	4	1 0	5 5 0 0 0
実施例 9	8 0	1 2	3 0	5 8 0 0 0
実施例 1 0	5 0	7	1 2	5 6 0 0 0
実施例 1 1	7	3	2	5 8 0 0 0
実施例 1 2	1 8	3	6	5 1 0 0 0
実施例 1 3	1 4	2	4	5 2 5 0 0
実施例 1 4	3 0	1 4	3 0	4 8 5 0 0
比較例 4	1 0 0 0	1 5 0	6 0 0	4 0 0 0 0

【0 0 9 1】

表 2 に示された結果から、実施例 6 ～ 1 2 によれば、従来使用されている多価アルコール（ステアリルアルコール）が用いられた比較例 4 と対比して、多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物（d）として、実施例 1 で用いられたポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、イソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、テトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ヘキサステアリン酸ポリオキシエチレンソルビット、オレイン酸ポリオキシエチレングリセリル、トリイソステアリン酸ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油またはトリイソステアリン酸ポリオキシエチレンヒマシ油を用いた場合であっても、実施例 1 と同様に、無攪拌状態であっても溶解時間が短く、しかも得られる溶液の粘度が非常に小さく、この溶液を中和することによって得られる中和粘稠液の粘度が非常に高くなるカルボキシル基含有重合体組成物が得られることがわかる。

【0 0 9 2】

また、実施例 1 3 によれば、多価アルコール脂肪酸エステル (c) および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) を併用しても、実施例 1 と同様に、無攪拌状態であっても溶解時間が短く、しかも得られる溶液の粘度が非常に小さく、この溶液を中和することによって得られる中和粘稠液の粘度が非常に高くなるカルボキシル基含有重合体組成物が得られることがわかる。

【0 0 9 3】

また、実施例 1 4 によれば、 α , β -不飽和化合物としてラウロイルメタクリレート を併用しても、実施例 1 と同様に、無攪拌状態であっても溶解時間が短く、しかも得られる溶液の粘度が非常に小さく、この溶液を中和することによって得られる中和粘稠液の粘度が非常に高くなるカルボキシル基含有重合体組成物が得られることがわかる。

【0 0 9 4】

実施例 1 5

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに、多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてデカオレイン酸デカグリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: Decaglyn-10-O) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様に、白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60 g を得た。

【0 0 9 5】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様に測定した。その結果を表 3 に示す。

【0 0 9 6】

実施例 1 6

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに、多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてペンタオレイン酸デカグリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: Decaglyn-5-O) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様に白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60 g を得た。

【0 0 9 7】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0098】

実施例 1 7

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてオレイン酸デカグリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: Decaglyn-1-O) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60 g を得た。

【0099】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0100】

実施例 1 8

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてオレイン酸ヘキサグリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: Hexaglyn-1-O) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60 g を得た。

【0101】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0102】

実施例 1 9

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてオレイン酸ジグリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: DGMO-90) 3.0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 60 g を得た。

【0 1 0 3】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度、中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0 1 0 4】

実施例 2 0

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりに多価アルコール脂肪酸エステル (c) としてトリオレイン酸グリセリル (日光ケミカル (株) 製、商品名: D G O - 8 0) 3. 0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 6 0 g を得た。

【0 1 0 5】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0 1 0 6】

比較例 5

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにグリセリン 3. 0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 5 9 g を得た。

【0 1 0 7】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0 1 0 8】

比較例 6

実施例 1 において、ポリオキシエチレンヒマシ油の代わりにヘキサグリセリン 3. 0 g を添加した以外は、実施例 1 と同様にして白色微粉末のカルボキシル基含有重合体組成物 5 9 g を得た。

【0 1 0 9】

得られたカルボキシル基含有重合体組成物の無攪拌溶解時間、攪拌溶解時間、溶液粘度および中和粘稠液粘度を実施例 1 と同様にして測定した。その結果を表 3 に示す。

【0 1 1 0】

【表 3】

実施例番号	溶解時間		溶解液の粘度 (mPa・s)	中和粘稠液の粘度 (mPa・s)
	無攪拌 (分)	攪拌 (分)		
実施例 1 5	2 0	3	2	6 6 0 0 0
実施例 1 6	2 0	3	2	5 8 0 0 0
実施例 1 7	4 0	6	1 0	5 8 0 0 0
実施例 1 8	3 5	5	2 0	5 7 0 0 0
実施例 1 9	3 5	5	1 5 0	5 8 0 0 0
実施例 2 0	3 5	5	1 0	5 0 0 0 0
比較例 5	9 3 5	1 3 0	9 4 0	4 2 0 0 0
比較例 6	9 0 0	1 2 0	8 4 0	4 0 0 0 0

【0 1 1 1】

表 3 に示された結果から、実施例 1 で使用された多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) の代わりに、種々の多価アルコール脂肪酸エステル (c) を用いても、無攪拌状態および攪拌状態のいずれであっても溶解時間が短く、しかも得られる溶液の粘度が非常に小さく、この溶液を中和することによって得られる中和粘稠液の粘度が非常に高くなるカルボキシル基含有重合体組成物が得られることがわかる。

【0 1 1 2】

【発明の効果】

本発明のカルボキシル基含有重合体組成物は、水への溶解性に優れているため、特殊な溶解装置を使用しなくても溶解時間を大幅に短縮することができるという優れた効果を奏するものである。

また、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物を水に溶解させて得られた水溶液を適当な塩基で中和すると、非常に高い粘度を有する中和粘調液が得られる。

したがって、本発明のカルボキシル基含有重合体組成物は、各種水溶液の増粘剤として好適に使用しうるものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

水への溶解性に優れ、その水溶液をアルカリで中和した後に得られる中和粘調液の増粘性に優れたカルボキシル基含有重合体組成物を提供すること。

【解決手段】

α 、 β -不飽和カルボン酸 (a) とエチレン性不飽和基を少なくとも2個有する化合物 (b) とを共重合させてなるカルボキシル基含有重合体 (A) 100重量部と、多価アルコール脂肪酸エステル (c) および多価アルコール脂肪酸エステルアルキレンオキサイド付加物 (d) のうちの少なくとも1種の化合物 (B) 0.01~20重量部とを含有してなるカルボキシル基含有重合体組成物。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000195661]

1. 変更年月日 1990年 8月21日
[変更理由] 新規登録
住 所 兵庫県加古郡播磨町宮西346番地の1
氏 名 住友精化株式会社

